

GB/T 30917—2014/ISO 29941:2010

- f) 使用步骤 A 或步骤 B 的说明, 试验技术条件的说明, 包括使用的所有替代物清单;
- g) 每种 *N*-亚硝胺的测定结果和总的 *N*-亚硝胺的结果, 单位为纳克每克 (ng/g);
- h) 测试人、审核人和批准人签字;
- i) 本标准号及出版年号。

GB/T 30917—2014/ISO 29941 : 2010

ICS 11.200
C 63



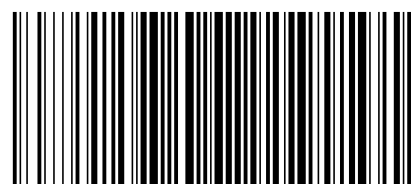
中华人民共和国国家标准

GB/T 30917—2014/ISO 29941:2010

天然胶乳橡胶避孕套中 可迁移亚硝胺的测定

Determination of nitrosamines migrating from natural rubber latex condoms

(ISO 29941:2010, Condoms—Determination of nitrosamines migrating from natural rubber latex condoms, IDT)



GB/T 30917-2014

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-50423

定价: 16.00 元

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

- m —— 避孕套材料样品质量,单位为克(g);
 A_{NDiPA}^1 —— 直接注射内标溶液 NDiPA 的峰面积;
 A_{NASTD} —— 标准溶液中 *N*-亚硝酸胺峰面积;
 V_{NASTD} —— 注射标准 *N*-亚硝酸胺的体积;
 V_{NDiPA}^1 —— NDiPA 标准溶液(5.10)的注射体积,单位为微升(μL)。

8.2 根据式(3)计算每种已知的 *N*-亚硝酸胺单位面积的质量。

$$\rho_A = w \times \frac{m_{\text{avg}}}{2bl} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- ρ_A —— 单位面积质量,单位为纳克每平方米(ng/dm^2);
 w —— 从样品中迁移到水中一种 *N*-亚硝酸胺的质量分数,以内标物 NDiPA 的回收率来校准,单位为纳克每克(ng/g);
 m_{avg} —— 一个避孕套的平均质量,单位为克(g);
 b —— 避孕套宽度,单位为分米(dm);
 l —— 避孕套长度,单位为分米(dm)。

8.3 将每种 *N*-亚硝酸胺的含量相加来计算 *N*-亚硝酸胺的总含量。对于某种特定的 *N*-亚硝酸胺,如果没有可测量的探测信号,即:峰值高度未达到噪声电平的 3 倍,则应将这类 *N*-亚硝酸胺视为未发现,记录为“ND”,其值为“零”。

9 检测的 *N*-亚硝酸胺的确定

9.1 通过下列步骤之一确定已检测的 *N*-亚硝酸胺及其含量:

- 取一个干净的、可透紫外光的玻璃容器,装入部分剩余试验溶液,用波长为 366 nm 的紫外光照射试样 3 h;取另一相似的玻璃容器,按同样方法处理标准溶液(5.9)。由于 *N*-亚硝酸胺受紫外光照射会分解,气相色谱分析可能不显示峰或者只显示已明显衰减的峰。如果样品经照射后,信号衰减不明显,则表明原始信号被错误确认。在这种情况下,没必要进行下一步测定。
- 至少应用一种不同极性固定相的色谱柱进行验证确定。
- 质谱法测试。

9.2 如果通过 9.1a)、9.1b)、9.1c)之一不能将某些峰归为 *N*-亚硝酸胺峰,则需要排除这些峰而只用 *N*-亚硝酸胺的信号重新计算 *N*-亚硝酸胺的总量。

10 试验报告

10.1 在试验报告中应描述试验过程,按 ISO/IEC 17025 要求应仔细、清楚地记录试验结果和其他相关信息。

10.2 试验报告至少应包含下列内容:

- 如果试验是在不同地方的实验室完成的,则应分别注明测试地址和实验室名称;
- 测试报告和报告中的每一页以及报告总页数都应有一个单独标记(例如:连续的数字)的识别特征;
- 样品的描述和识别特征;
- 取样方法的描述;
- 实验室样品接收日期和测试日期,包括溶液配制时间与日期(7.2.1)、试验开始与试验完成的时间和日期(7.5);

中华人民共和国
国家标准

天然胶乳橡胶避孕套中
可迁移亚硝酸胺的测定

GB/T 30917—2014/ISO 29941:2010

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50423 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

7.2.3.3 重复 7.2.3.2 描述的步骤两次。

7.2.3.4 用 25 mL 的二氯甲烷(5.1)清洗硫酸钠(或者适当的相分离过滤剂)(5.11),并同样将清洗溶液转移到 K-D 浓缩器或一套等效装置中(6.5)。

7.3 溶液中 N-亚硝胺的浓缩

7.3.1 将 2 mL 正己烷(5.3)和 2~3 个碎沸石(5.6)加入 K-D 浓缩器或等效装置(6.5)里的抽提液中,抽提液按照步骤 A 或步骤 B 制备。

安装空气冷却器,在水浴(6.6)中浓缩溶液至 4 mL~6 mL。为了避免被测试物质的损失,以约为 2 °C/min 的速率慢慢地将水浴从(40±2)°C 加热到(60±2)°C。在溶液冷却后,用(2±0.1)mL 的二氯甲烷(5.1)冲洗蒸馏器器壁和浓缩系统。

由于正己烷的可燃性,此步骤应在通风柜内完成。

7.3.2 将空气冷却器从 K-D 浓缩器或等效装置上移开,并谨慎地用氮气(5.5)通过溶液并浓缩溶液至(1±0.1)mL。让溶液冷却至室温并将它转移到一个用隔膜与小玻璃瓶嘴塞封闭的小玻璃瓶中(6.7)。

氮气的流动速率应调整到在浓缩洗出液表面产生 4 mm~5 mm 的凹陷为宜,否则液体可溢出或抽提液会冷却过快而温度过低。

由于 N-亚硝胺的挥发性,其体积应不低于 7.3.1 和 7.3.2 所述的体积。如果浓缩溶液和测定 N-亚硝胺的间隔时间超过 1 h,则应将溶液贮存在 5 °C 以下的黑暗环境中。

7.4 空白试验

除不用避孕套材料外,按上述 7.1、7.2、7.3 中所有步骤进行空白试验。

7.5 气相色谱测试

在最佳条件下(6.13)将 1 μL~10 μL 的每一种抽提液注入气相色谱/化学发光测试系统。测试相同体积的标准溶液(5.9)和内标溶液(5.10)。

为得到可靠结果,样品前处理和测试应在同一天进行,如果不能在同一天进行,则在 5 °C 以下黑暗环境中贮存萃取液和标准溶液。

8 溶液中 N-亚硝胺结果的计算和评估

8.1 按式(1)和式(2)计算测定每种 N-亚硝胺的质量。

$$w = \frac{F \times A_{NA}}{A_{NDiPA}^R} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——从样品中迁移到水中一种 N-亚硝胺的质量分数,以内标 NDiPA 的回收率来校准,单位为纳克每克(ng/g);

F ——根据式(2)的计算因子;

A_{NA} ——测定的从样品中迁移到水中的 N-亚硝胺峰面积;

A_{NDiPA}^R ——在溶液中含标准 NDiPA 峰面积。

$$F = \frac{V \times \rho}{m} \times \frac{A_{NDiPA}^1}{A_{NASTD}} \times \frac{V_{NASTD}}{V_{NDiPA}^1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——内标溶液 NDiPA 的体积,单位为毫升(mL);

ρ ——标准溶液中 N-亚硝胺的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用国际标准 ISO 29941:2010《避孕套 天然胶乳橡胶避孕套中可迁移亚硝胺的测定》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB 7544—2009 天然胶乳橡胶避孕套 技术要求与试验方法(ISO 4074:2002,IDT)

GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025:2005,IDT)

本标准做了下列编辑性修改:

——将第 5 章中的警示语“警告:N-亚硝胺可能对人体健康有害,实验时应严格遵守有关职业健康与安全标准”放在标准的最前面;

——将 6.13 示例中的英制单位英寸“”换算为国际单位制毫米“mm”。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会胶乳制品分技术委员会(SAC/TC 35/SC 4)归口。

本标准主要起草单位:深圳市医疗器械检测中心、国家人口计生委药具质量监督中心、国家乳胶制品质量监督检验中心、中国化工橡胶株洲研究设计院、国家橡胶及橡胶制品质量监督检验中心、上海市质量监督检验技术研究院、武汉杰士邦卫生用品有限公司、安思尔健康用品有限公司、上海名邦橡胶制品有限公司、上海时刻依实业有限公司、广州大明联合橡胶制品有限公司。

本标准主要起草人:刘洪伟、宁丽峰、王晓炜、周劼、张素英、郭颖志、周越、盛腊云、李枚辉、邓一志、匡永红、庾国新、费国平、杜英英、顾冬梅、任娟、萧兰芬、王佳、蔡启杰、钟海燕、彭俊。